

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-270473

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

③ 公開 昭和62年(1987)11月24日

C 04 B 38/00

3 0 2

Z-8618-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 多孔質体の孔径制御法

① 特 願 昭61-110506

② 出 願 昭61(1986)5月16日

② 発 明 者 安 齊 博 藤沢市鶴沼海岸3-16-8

① 出 願 人 エヌオーケー株式会社 東京都港区芝大門1丁目12番15号

③ 代 理 人 弁理士 吉田 俊夫 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

多孔質体の孔径制御法

2. 特許請求の範囲

(1) セラミックス、金属等の多孔質体を物理蒸着法、化学堆積法等の薄膜形成法によって表面処理し、孔径を縮小制御することを特徴とする多孔質体の孔径制御法。

(2) 薄膜形成法が真空蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法等の物理蒸着法である特許請求の範囲第1項記載の多孔質体の孔径制御法。

(3) 薄膜形成法が、CVD法、プラズマCVD法等の化学堆積法である特許請求の範囲第1項記載の多孔質体の孔径制御法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は多孔質体の孔径を自由に縮小制御する

ことを可能とした多孔質体の孔径制御法に関する。
(従来の技術)

従来、セラミックスや金属の多孔質体は触媒担体、フィルター等として使用されており、種々の孔径のものが提供されている。そしてその製造は一般に一定の粒径の原料粉末を成形、焼成して焼結体となすことにより行われている。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、前記従来法では、微粉末原料を使用しても焼成中に結晶が粒成長を起こして個々の結晶粒は約0.5μm以上になり、得られる焼結多孔質体の孔径は約0.1μm程度以上となってしまう。このため、非常に微細な原料粉末を用いたとしても、これより微細な孔径の多孔質体を焼結法によって得ることは至難である。

(問題点を解決するための手段)

本発明者は上記従来技術に鑑み、研究の結果、従来の焼結体タイプの多孔質体を用い、その表面を物理、化学的薄膜形成法による処理を施すことによって孔径を縮小させることに成功した。また

その際には、表面処理条件を調整することによって孔径を自由に制御できることを知見した。

すなわち本発明は、セラミックス、金属等の多孔質体を物理蒸着法、化学堆積法等の薄膜形成法によって表面処理し、孔径を細小制御することによって特徴とする多孔質体の孔径制御法である。

本発明方法で処理対象とする多孔質体は、薄膜法によってその小孔周囲に物理蒸着物質あるいは化学堆積物が強固に付着されるものであればよく、一般には粉末原料を焼結して得られる焼結金属体、セラミックス等であり、その他乾燥シリカゲル、ゼオライト等にも適用される。

薄膜形成法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法等の物理蒸着法のほか、CVD法、プラズマCVD法等の化学堆積法が適用される。

薄膜形成工程においては、第3図にその断面を略示することく、多孔質体表層粒子Aの表面に薄膜Bが形成されるのであるが、スパッタリング法、イオン化蒸着法(イオンプレーティング法)によれ

ば約30%、CVD法によれば約40%の側面へのまわり込み薄膜層B'の形成が生じ、これによって多孔質体の孔径をその表層において細小変化させることができるのである。

なお、真空蒸着法によると、そのままでは粒子側面へのまわり込み薄膜層B'の形成がないので、この場合は被処理多孔質体試料を傾けて回転させることが好ましい。

薄膜の形成速度は、真空蒸着法が1000~10000Å/min、スパッタリング法が100~1000Å/min、イオンプレーティング法が1000~10000Å/min、CVD法が数10~数100Å/minであるので、適宜方法を採用して、必要時間の処理をすることによって、多孔質体の孔径を任意大きさに細小制御することが容易にできるのである。

さらに、処理対象多孔質体とは異なった材質の薄膜を形成する場合にあっては、例えば、金属多孔質体の表面にセラミックスの膜を形成して耐腐蝕性多孔質体のフィルタを製造することができる

-3-

ので、被処理物として固体粉体を適用してもそれらの接触によって前記表面が損傷されることがなく耐久性の優れた多孔質体となるなどの有利性が発揮される。

(実施例)

実施例:1

孔径約0.1μmのAl₂O₃多孔質焼結体を基板とし、第1図に示されるようなスパッタリング装置により表面処理した。なお、第1図において、1は基板(被処理物のAl₂O₃多孔質焼結体)、2は基板ホルダー、3は上部電極、4はターゲット、5は真空容器(スパッタリング室)、6は排気、7はガス導入バルブ、8は高周波電源、9は整合器である。

まず、スパッタリング前処理として基板(Al₂O₃)を以下の工程で洗浄した。

- (1)酸素雰囲気中、600℃、30分焼成
- (2)脱塩水で超音波洗浄 5分
- (3)乾燥、100℃、30分

次に上記工程によって洗浄した基板1をスパ

-4-

ッタリング室5内の基板ホルダー(下部電極)2上に搭載し、これと相対する位置の上部電極3の内位置板上にAl₂O₃ターゲット4を取り付けた後、油回転ポンプによって10⁻³Torrのオーダーまで排気筒6から排気し、続いて油拡散ポンプで10⁻³Torrのオーダーまで高真空に排気した。その状態でアルゴンガスをライン7からスパッタリング室内に10⁻³Torrの圧力になるまで導入し、メインバルブで5×10⁻³Torrにその圧力を調節しながら下部電極側にRF電源8及び整合器9からの高周波(13.56MHz)を印加して、スパッタエッチングを行い表面層を除去した。

以上の処理によりAl₂O₃多孔質焼結体を洗浄した後、上部電極側に高周波を印加して、基板1の表面にAl₂O₃をコーティングした。

表面処理した基板をSEM観察した結果、前記Al₂O₃コーティング処理時間を変化させることによって、孔径が約60Å/minの割合で細小され、0~基板処理前(0.1μm)の孔径の範囲で自由に細小制御できることが判った。

実施例：2

外径約1mm、内径約0.5mm、管型孔径約0.1μmのAl₂O₃多孔質中空糸を基材とし、第2図に示されるようなスパッタリング装置により、(実施例1)と同じ手順で蒸材を回転させながらAl₂O₃をコーティングし、表面をSEM観察したところ、実施例1の場合と同様に、孔径を自由に制御できることが判った。なお、第2図において、1は被処理物のAl₂O₃多孔質中空糸基材、2は蒸材ホルダー、3は上部電極、4はターゲット、5は真空容器(スパッタリング室)、6は排気、7はガス導入バルブ、8は高周波電源、9は整合器である。

(発明の効果)

以上本発明方法の、セラミックス、金属等の多孔質体を物理蒸着法、化学堆積法等の薄膜形成法によって表面処理し、孔径を縮小制御する多孔質体の孔径制御法によれば、(1)従来の微粉末原料を焼成して多孔質焼結体を得る焼成法によっては、その造度が至難であった0.1μm程度以下の孔

径の多孔質体が容易にえられること、(2)適宜薄膜形成法の選択、表面処理時間の調整によって、その孔径を自由に制御できること、さらに(3)処理対象基板、蒸材とは異なった任意の、例えば耐腐蝕性材質の膜を形成しつつ、孔径を制御することができるなどの多くの優れた効果が発揮される。

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図は本発明方法を実施するためのスパッタリング装置の概略構造断面図、第3図は本発明方法によって得られる多孔質体表面の拡大略示断面図である。

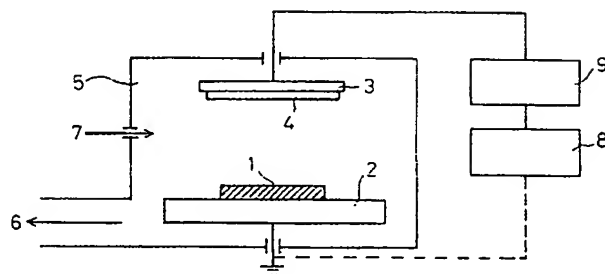
A：多孔質体表面粒子、B：薄膜、B'：まわり込み薄膜層、1：蒸材、蒸材(被処理物)、2：蒸材ホルダー、3：上部電極、4：ターゲット、5：真空容器(スパッタリング室)、6：排気、7：ガス導入バルブ、8：高周波電源、9：整合器

代理人 弁理士 吉田 俊夫 ほか1名

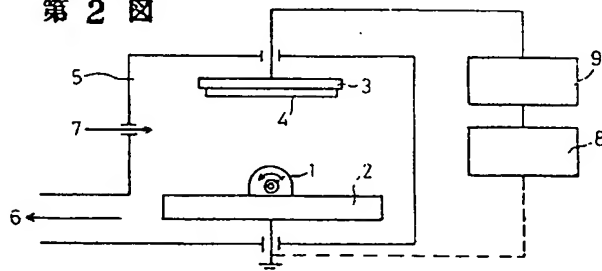
-7-

-8-

第1図



第2図



第3図

